



MISE AU POINT D'UNE MÉTHODE DE MESURE DE CONCENTRATION EN ÉCOULEMENT À BULLES PAR LIF (LASER INDUCED FLUORESCENCE)

Stage d'hydraulique - option : énergétique

Jaime LAFITA SENRA

PERIODE DE STAGE : DE AVRIL À AOUT 2010

RESPONSABLES DE STAGE :

Risso F. (05-34-32-28-26, risso@imft.fr)

Roig V. (05-34-32-28-20, roig@imft.fr)

Institut de Mécanique des Fluides de Toulouse

allée du professeur C. Soula, 31400
Toulouse

Tout d'abord, je tiens à remercier Frédéric RISSO et Véronique ROIG, mes responsables de stage, pour leur accueil au sein de l'IMFT et pour m'avoir encadré et conseillé tout au long de mon projet de fin d'études. Leur disponibilité et leurs compétences scientifiques m'ont permis d'enrichir mes connaissances et de me former à des techniques nouvelles.

J'adresse aussi mes sincères remerciements à tous les stagiaires et thésards du groupe INTERFACE pour leur bonne humeur et leur sympathie qui ont fait de ces cinq mois une expérience personnelle enrichissante.

Par ailleurs, je remercie tout le personnel de l'IMFT pour son accueil et sa disponibilité pendant mon stage.

D'autre part, un grand merci à tous mes collègues de l'ENSEEIH et d'ERASMUS. Ils ont aussi contribué à faire de cette année en France une expérience inoubliable.

Enfin, je tiens à remercier toute ma famille et mes amis pour leur soutien et leur confiance.

RÉSUMÉ

L'objectif du stage décrit dans ce rapport est de mettre au point une méthode de mesure expérimentale de concentration dans la phase liquide par fluorescence induite par laser (LIF, laser induced fluorescence) en écoulement à bulles utilisant une fibre optique pour la formation du volume de mesure laser. Comme étape préliminaire, l'analyse du système LIF acquis par l'IMFT deux décennies auparavant devait être effectué.

Le déroulement du stage comporte diverses parties. La première a été l'étude de la problématique et la prise en main des principales procédures de mesure de concentration par LIF. Pour atteindre cet objectif, une importante recherche bibliographique a été faite.

La deuxième étape a été l'installation de l'environnement de mesure sur un dispositif expérimental d'écoulement à bulles et l'analyse de l'état de la chaîne optique et des signaux produits

Pour continuer avec la mise au point de la méthode de mesure, le stage s'est continué avec l'étalonnage du système et la mesure de concentration en écoulement monophasique. Cette partie était nécessaire non seulement pour l'utilisation du système LIF dans ce type d'écoulement, mais aussi pour la mesure des concentrations dans la phase liquide des écoulements diphasiques liquide-air.

La dernière partie a consisté à enregistrer et à interpréter les signaux acquis dans différentes conditions expérimentales. Le but final était de déterminer si la quantification de la concentration était possible avec les instruments de mesure disponibles en écoulement monophasique et diphasique.

TABLE DES MATIÈRES

1. Généralités.....	7
1.1. L'IMFT.....	7
1.2. Objectifs généraux.....	8
2. Recherche Bibliographique.....	9
2.1. La fluorescence.....	9
2.2. Les méthodes lasers.....	10
2.3. LIF : Laser Induced Fluorescence (Fluorescence induite par laser).....	11
2.3.1. Principes de la LIF.....	11
2.3.2. Intensité fluorescente	11
2.3.3. Dépendance de la concentration	12
2.3.4. Dépendance de l'intensité de la lumière incidente I_0	13
2.3.5. Dépendance de la température.....	14
2.3.6. Dépendance du pH.....	14
2.4. Applications de la LIF.....	15
2.4.1. Mesure de température.....	15
2.4.2. Mesure de concentration.....	15
2.4.3. Mesure de concentration en écoulement diphasique à bulles.....	16
3. Installations expérimentales	18
3.1. Générateur de bulles.....	18
3.2. Choix du fluorophore.....	18
3.3. Dispositif optique.....	18
3.4. Description du matériel.....	19
4. Analyse des signaux.....	21
4.1. Le bruit dans les mesures.....	21
4.2. Répétabilité des mesures.....	22
5. Étalonnage en écoulement monophasique.....	23
6. Essais expérimentaux.....	25
6.1. Analyse de la résolution temporelle.....	25
6.2. Mesures en écoulement à bulles.....	26
7. Commentaires sur les résultats.....	29
8. Conclusions.....	30
9. Bibliographie.....	31

LISTE DE FIGURES

Fig 1 : Siège de l'IMFT, situé sur l'île du Ramier.....	7
Fig 2 : Niveaux d'énergie des fluorophores.....	10
Fig 3 : Relation intensité fluorescente - concentration.....	12
Fig 4 : Effet d'absorption de la lumière.....	12
Fig 5 : Variation de l'intensité de fluorescence avec l'intensité du laser.....	13
Fig 6 : Sensibilité à la température selon la longueur d'onde de la fluorescéine et de la rhodamine B.....	14
Fig 7 : Effet de la température sur l'intensité de fluorescence.....	14
Fig 8 : Influence du pH sur le spectre d'absorption de la rhodamine B.....	14
Fig 9 : Effet du pH sur l'intensité fluorescente.....	15
Fig 10 : Réflexion et réfraction créées par une bulle déformée.....	16
Fig 11 : Passage d'une bulle.....	17
Fig 12 : Spectres d'absorption et d'émission de la fluorescéine.....	18
Fig 13 : Schéma du montage I.....	19
Fig 14 : Spectres d'absorption et d'émission de la fluorescéine. Excitation avec le laser Ar-Ion.....	19
Fig 15 : Fibre en "backscatter mode".....	20
Fig 16 : Spectres d'absorption et d'émission de la fluorescéine. Filtre optique.....	20
Fig 17 : Bruit. Amplificateur opérationnel.....	21
Fig 18 : Bruit. Amplificateur différentiel.....	21
Fig 19 : Effet du filtrage (55 Hz).....	22
Fig 20 : Intensité fluorescente (unités arbitraires) en fonction de la concentration de fluorescéine (mol/l). Points utilisés pour l'étalonnage.....	23
Fig 21 : Intensité fluorescente (unités arbitraires) en fonction de la concentration de fluorescéine (mol/l). Signal moyenné pour chaque concentration.....	24
Fig 22 : Intensité fluorescente (unités arbitraires) en fonction de la concentration de fluorescéine (mol/l). Régression linéaire.....	24
Fig 23 : Schéma du montage II.....	25
Fig 24 : Réponse du signal à une forte variation de concentration de fluorescéine I.....	25
Fig 25 : Réponse du signal à une forte variation de concentration de fluorescéine II.....	25
Fig 26 : Schéma du montage : réponse au passage de bulles I.....	26
Fig 27 : Passage de bulles. Amplificateur opérationnel I.....	26
Fig 28 : Passage de bulles. Amplificateur opérationnel II.....	27
Fig 29 : Passage de bulles. Amplificateur différentiel.....	27
Fig 30 : Schéma du montage : réponse au passage de bulles II.....	27
Fig 31 : Mesures de I_f avec une nuage de bulles. Valeur du signal en écoulement monophasique Concentration utilisée : $3.95 \cdot 10^{-8}$ mol/l.....	28
Fig 32 : Schéma du montage : mesure de concentration de fluorophore entraîné par les bulles.....	28
Fig 33 : Mesure temporelle de concentration du fluorophore entraîné par les bulles.....	28

LISTE DES ABRÉVIATIONS

IMFT : Institut de Mécanique de Fluides de Toulouse.
LIF : Laser Induced Fluorescence (Fluorescence induite par laser).
PLIF : Planar Laser Induced Fluorescence.
PM : Photomultiplicateur.
BSA : Burst Spectrum Analyzer.
If : Intensité de fluorescence.
Ie : Intensité de la lumière d'excitation.
Io : Intensité de la lumière d'excitation à la sortie du laser.
C : concentration.
Z : point du faisceau laser d'excitation.
b : point correspondant à la position du volume de mesure.
t : temps.
f : fréquence.
 λ : longueur d'onde.
Vc : volume de mesure.
T : température.
 β : sensibilité à la température.
Kopt : constante optique.
Kspec : constante spectroscopique.
 ε : coefficient d'extinction.
 φ : rendement quantique.

1. GÉNÉRALITÉS

1.1. L'IMFT

L'Institut de Mécanique de Fluides de Toulouse représente l'un des plus importants acteurs de la recherche dans le domaine de la mécanique des fluides. Il s'agit d'une unité qui associe l'INP (Institut National Polytechnique de Toulouse), le CNRS (Centre National de la Recherche Scientifique) et l'Université Toulouse 3.

Le laboratoire situé sur l'île du Ramier, sur la Garonne et au sud de la commune de Toulouse, se divise en plusieurs départements. Composé par environ 200 personnes, la recherche met l'accent sur plusieurs domaines abordés par les groupes suivants :

- PSC : Particules, Sprays et Combustion.
- EMT2 : Ecoulements Monophasiques Transitionnels et Turbulents.
- GEMP : Groupe d'Etudes sur les Milieux Poreux.
- HYDROECO : Hydrologie de Surface et Ecohydraulique.
- OTE : Ondes, Turbulence et Environnement.
- INTERFACE : Ecoulements Diphasiques.



Fig 1 : Siège de l'IMFT, situé sur l'île du Ramier

Le travail développé pendant ce stage s'inscrit dans le groupe Interface, où les activités de recherche se centrent sur des approches expérimentales et numériques des écoulements multiphasiques. Gaz, liquides et lits de grains sont étudiés comme des phases séparées par des interfaces qui joueront un rôle majeur dans la dynamique de ces écoulements.

Le groupe organise ses activités de recherche sur six thèmes :

- Bulles, Gouttes et Corps mobiles.
- Ecoulements Dispersés : Agitation, Mélange et Dynamique d'Interface.
- Transfert, Changement de phase et Interfaces Réactives.
- Tourbillons, Turbulence et Interfaces.
- Ecoulements Capillaires et Mouillage.
- Milieux Granulaires, Fluides Complexes et Transition d'Echelle.

1.2. OBJECTIFS GÉNÉRAUX

L'objectif principal du stage est d'analyser l'état d'un système d'anémométrie Laser Doppler qui appartient au laboratoire et de déterminer la possibilité de sa conversion à la mesure de concentration en écoulement diphasique (liquide-bulles d'air).

Il s'agit alors d'un stage qui a été proposé avec une double finalité. D'une part, on se trouve devant l'analyse d'un système de mesure dont une grande partie a été acquise par l'IMFT deux décennies avant la réalisation de ce stage et qui était inutilisée depuis longtemps. Les signaux mesurés en écoulement monophasique par le système ont été étudiées et un étalonnage a été proposé.

D'autre part, on s'est intéressé par la mesure de concentration dans la phase liquide dans des conditions différentes aux expériences classiques, c'est-à-dire dans un écoulement diphasique avec des bulles qui perturbent le signal de concentration.

2. RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

2.1. LA FLUORESCENCE

La fluorescence est l'émission spontanée d'un rayonnement lumineux par un atome ou une molécule lors du retour d'un état excité vers un état inférieur (fondamental ou de relaxation).

Ces molécules fluorescentes qui possèdent la propriété de restituer sous forme de lumière fluorescée l'énergie lumineuse d'excitation sont nommées fluorophores ou fluorochromes.

Pendant ce procès, on peut distinguer plusieurs étapes :

- i) **Excitation** : une source lumineuse extérieure porte le fluorophore à un état électroniquement excité, par l'absorption de l'énergie électromagnétique d'un photon.
- ii) **Etat d'excitation** : le temps qu'une molécule reste dans l'état excité est très court (1-10 ns). La raison en est l'existence de plusieurs phénomènes capables de provoquer la libération de l'excès d'énergie et le retour du fluorophore à son état fondamental.
- iii) **Phénomènes de désexcitation** : Plusieurs procédés sont en compétition pour faire que les molécules excitées reviennent à leur état de relaxation. Le plus probable est celui qui minimise le temps de vie moyen de l'état excité. La fluorescence rivalise, alors, avec des phénomènes de relaxation non-radiants qui doivent avoir un temps de désactivation plus élevé pour permettre une émission fluorescente significative.

Ces procédés sont (figure 2):

- Fluorescence : Le fluorophore revient à son état fondamental par l'émission d'un photon qui, à cause de l'énergie de dissipation, porte moins énergie que le photon d'excitation. Par conséquent, la longueur d'onde d'émission est plus grande que la longueur d'onde d'excitation.

Cet écart qu'on connaît comme « déplacement de Stokes » est fondamental pour cette étude, car il va permettre de séparer les photons d'émission des photons d'excitation. Dans le cas où les radiations absorbée et émise ont la même longueur d'onde, on parle de « radiation de résonance » ou « résonance fluorescente ».

- Relaxation vibrationnelle : relaxation par collision entre les molécules excitées et les molécules du diluant. L'incrément d'énergie de celui-ci se traduit en une légère augmentation de la température du milieu.

- Conversion interne : Relaxation depuis l'état excité jusqu'au fondamental par une conversion interne sans radiation. Très fréquent quand ces deux états ont une différence d'énergie peu significative.

- D'autres processus possibles sont l'arrivée à un troisième état où les molécules sont vulnérables aussi à l'extinction physique ou chimique sans radiation (quenching), qui les conduit jusqu'à l'état de relaxation, et au phénomène du photobleaching, qui fait que la molécule perd sa capacité d'être excitée plus tard par un autre photon. Dans cet état-là on trouve la phosphorescence comme moyen d'émission de lumière dont la principale différence avec la fluorescence est le délai temporel entre l'absorption et l'émission d'énergie.

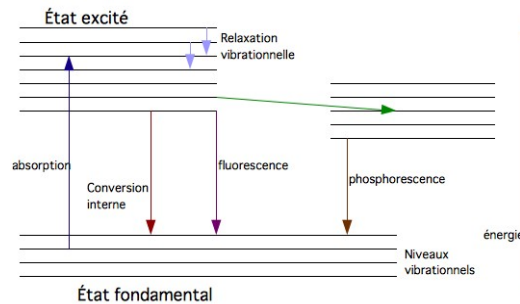


Fig 2 : Niveaux d'énergie des fluorophores

2.2. LES MÉTHODES LASERS

Les techniques lasers sont un moyen d'obtenir des mesures quantitatives grâce aux interactions lumière-matière induites par une excitation laser. Elles peuvent être classifiées en deux groupes:

- i) L'optique non-linéaire (interactions cohérentes) : les effets d'optiques non-linéaires sont utilisés pour des mesures ponctuelles en utilisant la lumière laser par ses caractéristiques de phase.
- ii) L'optique linéaire (interactions incohérentes) : ils utilisent l'apport initial d'énergie de la lumière laser. On peut distinguer les phénomènes qui impliquent :

ii-i) une interaction élastique avec le milieu : la lumière est diffusée à la même longueur d'onde que l'excitation.

ii-ii) une interaction non élastique avec le milieu : le signal lumineux est réémis à une longueur d'onde différente à celle de l'excitation à cause des phénomènes internes de relaxation. Dans ce contexte, la fluorescence va être intéressante car elle peut offrir des résultats quantitatifs instantanés, car elle ne dépend de l'état du milieu qu'au moment précédent l'excitation. La résolution spatiale est garantie grâce au niveau moléculaire de l'interaction. De plus, les signaux obtenus avec ces méthodes montrent de bons rapports signal sur bruit. C'est dans ce groupe que l'on peut classer la LIF, méthode utilisée pour ce projet.

Les avantages d'utiliser un fluorophore pour mesurer la concentration en comparaison avec le choix des techniques basées sur la diffusion, « Mie scattering », (par exemple, fumée dans l'air) sont :

- La taille des molécules fluorescentes est constante et petite (les molécules utilisées pour les autres techniques ont une certaine dispersion dans leur diamètre). De cette façon, on peut réduire le nombre de particules dans le volume de mesure, car il n'y a pas de fluctuations dans leur taille, et réduire l'extinction du laser qu'elles causent.
- La fluorescence ne dépend pas de la direction dans la plupart des cas.
- La mesure de la concentration absolue est plus facile.
- Les particules ne fusionnent ni s'évaporent.
- La plage de concentration qu'on est capable de mesurer est plus large.
- La dépendance du pH que présente la fluorescence permet d'analyser des écoulements avec des réactions chimiques.

2.3. LIF : LASER INDUCED FLUORESCENCE (FLUORESCENCE INDUITE PAR LASER)

2.3.1. PRINCIPES DE LA LIF

La fluorescence induite par laser est une méthode laser non intrusive utilisée pour caractériser les écoulements fluides. Ses deux applications fondamentales sont : la visualisation des écoulements et les mesures quantitatives, où elle permet la description temporelle avec cohérence spatiale dans un volume de mesure.

Le principe physique consiste en l'émission de photons par un traceur fluorescent après qu'il a été excité par un rayonnement laser. L'absorption de ce rayonnement et l'émission de fluorescence sont décalés en longueur d'onde et cela permet de les séparer pour analyser seulement le rayonnement réémis. L'intensité de fluorescence émise par le fluorescent dépend de la variable à mesurer (concentration, température, pH...).

La méthode LIF a été très développée depuis les années 1980. Ses principales applications sont la mesure de concentration et la mesure de température. Une grande partie de la recherche dans ce domaine a été développée pour une variante de cette méthode, PLIF (Planar Laser Induced Fluorescence) où la mesure est faite dans un plan.

2.3.2. INTENSITÉ DE FLUORESCENCE

L'intensité fluorescente collectée dans le volume de mesure dépend d'une grande quantité de variables. D'une manière simple, on peut l'exprimer, pour une longueur d'onde déterminée λ , par la loi d'excitation de Beer [1,2,3,4,5,6,7] :

$$I_f(\lambda) = K_{opt}(\lambda) \cdot K_{spec}(\lambda) \cdot C \cdot V_c \cdot I_o \cdot \exp\left(\frac{\beta(\lambda)}{T}\right) \quad (I)$$

I_f	Intensité de fluorescence au point de mesure
I_o	Intensité de la lumière incidente (puissance du laser)
C	Concentration moléculaire du traceur dans le volume de mesure (typiquement molécules/cm ³ ou moles/l)
V_c	Volume de collection des photons de fluorescence. Il est défini par l'intersection du faisceau laser incident, du volume défini par l'optique de collection et celui occupé par le fluide fluorescent.
$C \cdot V_c$	Ce produit indique le nombre de photons qui sont captés par le photo-détecteur.
K_{opt}	Constante optique tenant en compte les propriétés du système de détection. Elle caractérise la chaîne optique en reflétant l'influence de : <ul style="list-style-type: none"> – la sensibilité spectrale du photomultiplicateur de détection – la fluorescence détectée par le système de détection – l'angle solide de collection de fluorescence (strad)
K_{spec}	Constante spectroscopique dépendant spécifiquement des propriétés spectroscopiques du traceur dans le dissolvant pour λ . Elle résume principalement l'influence du rendement quantique, qui quantifie le taux de fluorescence par rapport au taux de quenching (désexcitation non radiative par collisions).
T	Température absolue.
β	Sensibilité à la température.

Si on veut exprimer l'intensité de la fluorescence collectée sur une bande spectrale définie par $[\lambda_{i1}, \lambda_{i2}]$ on trouve l'expression :

$$I_f = \int_{\lambda_{i1}}^{\lambda_{i2}} K_{opt}(\lambda) \cdot K_{spec}(\lambda) \cdot C \cdot V_c \cdot I_o \cdot \exp\left(\frac{\beta(\lambda)}{T}\right) \cdot d\lambda = K_{opti} \cdot K_{speci} \cdot C \cdot V_c \cdot I_o \cdot \exp\left(\frac{\beta_i}{T}\right) \quad (II)$$

où les constantes optique et spectrale et la sensibilité à la température peuvent simplement être exprimées pour la bande spectrale i qui nous intéresse.

2.3.3. DÉPENDANCE DE LA CONCENTRATION

Une augmentation de la concentration présente dans le volume de mesure a un effet sur I_f similaire à celui qu'on observe sur la figure 3. Dans une première plage de valeurs, quand la concentration augmente et le reste des variables se maintiennent constantes, I_f augmente de manière proportionnelle (linéaire) à la concentration. Cependant, on trouve des facteurs qui affectent cette relation.

Quand la concentration est très élevée, on trouve une augmentation des collisions entre les molécules qui augmente la désexcitation non radiante des molécules excitées par le laser. Ce phénomène rivalise directement avec la fluorescence pour causer la relaxation des fluorophores. Par conséquent, la quantité de photons émis par le fluorophore présent dans le volume de mesure va diminuer, ce qui contribue à la perte de linéarité entre C et I_f .

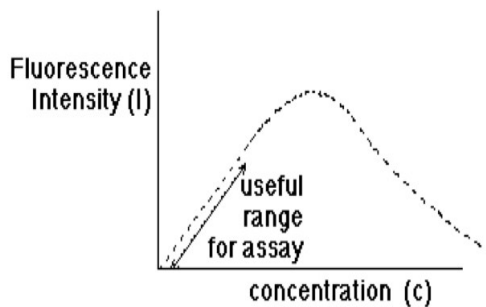


Fig 3 : Relation intensité fluorescente - concentration.

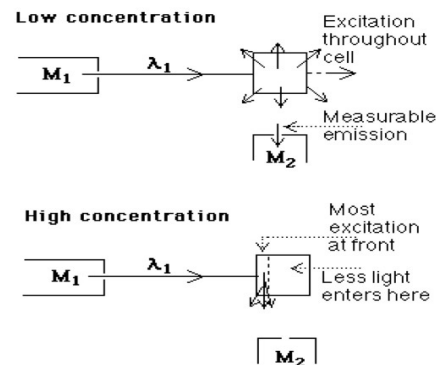


Fig 4 : Effet d'absorption de la lumière.

Cependant, le premier phénomène qui affecte cette dépendance linéaire, pour des concentrations moins élevées, est l'absorption de la lumière par le fluorophore. Ces effets font qu'on commence à voir disparaître la relation linéaire entre I_f et C (figure 4).

Si la concentration est suffisamment élevée, un faisceau laser d'une longueur d'onde déterminée est atténué lorsqu'il passe à travers une solution fluorescente. Cette atténuation peut s'exprimer, pour un élément de longueur du faisceau dz :

$$dI_e(z) = -\epsilon \cdot C(z) \cdot I_e(z) \cdot dz \quad (III)$$

Où ϵ est le coefficient d'extinction ($l/cm \cdot mol$). Ce coefficient d'extinction à λ_a (longueur d'onde d'absorption) est largement plus grand que à λ_f (émission), alors on peut négliger l'extinction du faisceau pour la partie de fluorescence émise par le fluorophore.

Par conséquent, on peut exprimer l'intensité de fluorescence locale (en négligeant les effets de sensibilité à la température) par:

$$I_f(z) = I_e(z) \cdot V_C \cdot \varphi \cdot \epsilon \cdot C(z) \quad (\text{IV})$$

$$\varphi : \text{rendement quantique de la fluorescéine} \quad \varphi = \frac{\text{nombre de photons émis}}{\text{nombre de photons absorbés}}$$

Si on intègre l'atténuation du laser dans toute la longueur du faisceau incident, on trouve l'expression de la puissance du laser et de l'intensité fluorescente mesurée par le système dans le volume de mesure :

$$I_e(b) = I_o \exp\left(-\epsilon \int_0^b C dz\right) \quad (\text{V})$$

$$I_f(b) = I_o V_C \varphi \epsilon C(b) \exp\left(-\epsilon \int_0^b C dz\right) \quad (\text{VI})$$

b : point correspondant à la situation du volume de mesure.
 I_o : intensité du laser en sortie de la tête d'émission.

Si la concentration est suffisamment petite, on peut négliger l'extinction du faisceau incident ($I_e = I_o$). Par conséquent, on ne trouvera pas les effets d'atténuation de la fluorescence et la variation du signal acquise par le système devra varier linéairement avec la concentration.

$$\epsilon \int_0^b C dz \ll 1 \quad (\text{VII}) \quad \rightarrow \quad I_f(b) = I_o V_C \varphi \epsilon C(b) \quad (\text{VIII})$$

2.3.4. DÉPENDANCE DE L'INTENSITÉ DE LA LUMIÈRE INCIDENTE I_o

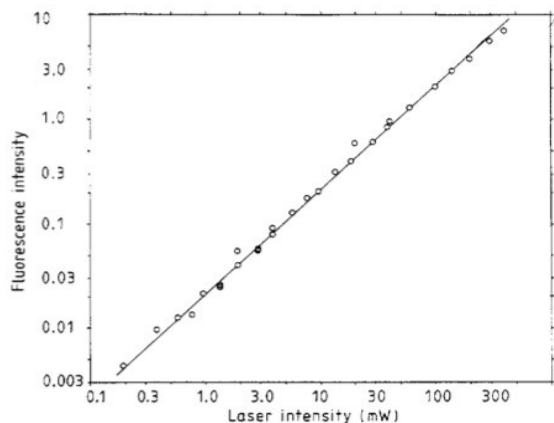


Fig 5 : Variation de l'intensité de fluorescence avec l'intensité du laser.
(Walker, 1987 [10])

Si l'intensité reste faible, on se retrouve dans le domaine linéaire de fluorescence et on n'aperçoit aucune photo-dissociation. Dans ce domaine, lorsqu'on augmente la puissance du laser l'intensité fluorescente augmente linéairement avec elle [10].

Si on s'intéresse au phénomène à des intensités plus importantes, on peut apercevoir saturation car la plupart des molécules dans le volume de mesure sont excitées et l'intensité de fluorescence devient indépendante de l'intensité d'excitation.

2.3.5. DÉPENDANCE DE LA TEMPÉRATURE

L'émission de fluorescence est sensible à la température. Cette sensibilité (β) dépend de la longueur d'onde d'excitation pour chaque fluorophore :

	Excitation : 488 nm	Excitation : 514 nm
Fluorescéine	- 0,16 %/°C	2,43 %/°C
Rhodamine B		- 1,58 %/°C

Fig 6 : Sensibilité à la température selon la longueur d'onde de la fluorescéine et de la rhodamine B (Coppeta et Rogers, 1998)

Les mesures faites par Walker [10] pour un système qui utilise un laser argon-ion et de la fluorescéine excitée à 488 nm, montrent une variation de 0.3% du signal par degré. Tenant en compte des similitudes de ce système avec celui qui est utilisé pour l'élaboration de ce stage et la faible variabilité des températures pendant la prise des données, les effets de la température seront négligés dans l'analyse des résultats.

La raison de cette dépendance à la température est que l'augmentation de celle-ci provoque la croissance de la fréquence de collision entre les molécules. Ce phénomène augmente la possibilité des conversions non-radiantes vers l'état fondamental et diminue le rendement quantique.

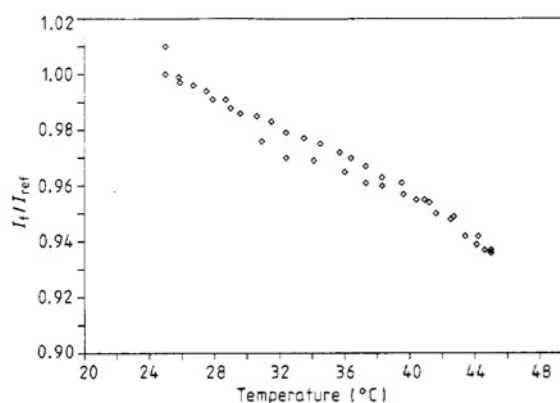


Fig 7 : Effet de la température sur l'intensité de fluorescence

(Walker, 1987 [10])

2.3.6. DÉPENDANCE DU pH

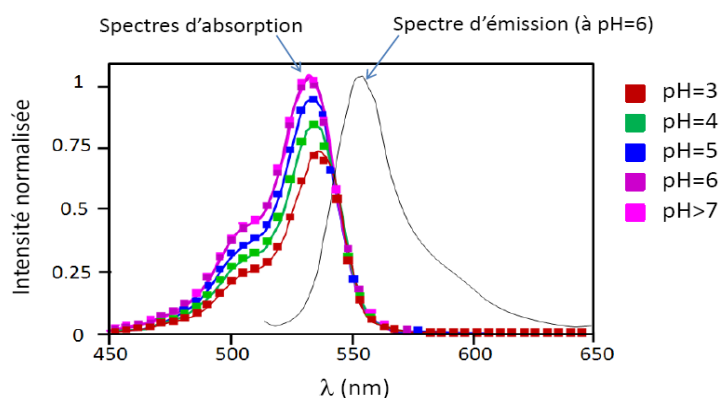


Fig 8 : Influence du pH sur le spectre d'absorption de la rhodamine B

(Coppeta et Rogers, 1998)

Dans la figure on peut voir l'influence du pH dans le spectre d'émission de la Rhodamine B. Au fur et à mesure que le pH augmente, l'émission devient plus importante.

Pour le cas de la fluorescéine, Lindqvist (1960) a montré que si le mélange présente un pH < 8.5, de petites variations de pH peuvent avoir un grand impact sur l'intensité fluorescente.

Ce même effet a été observé par Walker (1987) [10]. L'explication est l'influence du pH sur l'extinction de la lumière laser. Le coefficient d'extinction ϵ varie avec le pH et peut provoquer des fortes variations de l'intensité de fluorescence si le pH du mélange est inférieur à 8.5 (figure 9).

2.4. APPLICATIONS DE LA LIF

2.4.1. MESURE DE TEMPÉRATURE

L'utilisation de la LIF pour mesurer la température a été l'application la plus développée de cette méthode. Diverses variations ont été proposées pour améliorer cette mesure et la simplifier en éliminant la dépendance du signal acquis aux autres variables.

Dans ce domaine on peut remarquer le développement de la LIF à deux couleurs [1,2,5,6,8] et à trois couleurs [3]. Dans ces méthodes, on mesure dans différentes bandes spectrales la fluorescence réémise par un seul traceur. Avec elles, on est capable d'éliminer l'influence de plusieurs variables qui affectent la mesure en assurant une quantification plus précise de la température.

Grâce à la LIF à deux couleurs on est capable d'avoir, grâce au rapport des signaux mesurées dans deux bandes spectrales λ_1 et λ_2 , un signal qui est indépendant de la concentration de fluorophore, du volume de mesure et de l'intensité excitatrice. L'application de cette variante pour la mesure de température dans les écoulements diphasiques à gouttes est particulièrement intéressante car elle permet une mesure indépendante de la taille du volume de mesure, qui change constamment à cause du passage des gouttes qui en portent le fluorophore dans le volume de mesure.

L'utilisation de la LIF à trois couleurs ajoute un dernier avantage : on est capable de mesurer l'absorption du signal de fluorescence par le traceur.

2.4.2. MESURE DE CONCENTRATION

La mesure de concentration par fluorescence induite par laser a été moins développée que la mesure de température. La plupart des expériences dans ce domaine sont développées pour la PLIF, et on ne trouve pas des variantes intéressantes de la méthode qui puissent faciliter la mesure.

Dans la bibliographie proposée, on trouve des systèmes LIF proposés pour la mesure de concentration dans les écoulements monophasiques [10,11,12]. Dans ces articles on trouve les bases de la mesure de concentration [paragraphe 2.3.3] et des installations expérimentales nécessaires pour la réaliser, qui ont été la base du système de mesure proposé pour l'élaboration de ce stage [paragraphe 3].

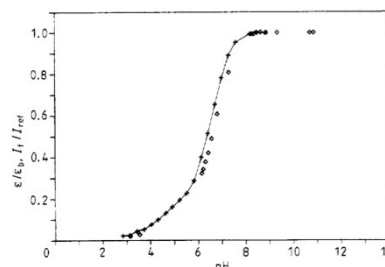
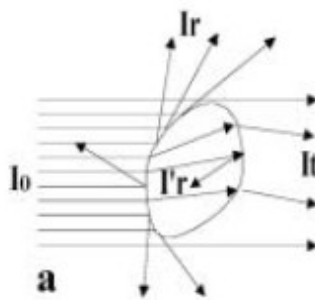


Fig 9 : Effet du pH sur l'intensité fluorescente (Walker, 1987 [10])

2.4.3. MESURE DE CONCENTRATION EN ÉCOULEMENT DIPHASIQUE À BULLES

La bibliographie centrée sur les mesure de concentration en écoulement à bulles par LIF est encore moins abondante. On trouve seulement quelques essais de mesure pour la méthode PLIF.

En 2002, Moghaddas et al. [15] proposent une nouvelle technique expérimentale PLIF basée sur l'utilisation de deux traceurs (TTM : Two Tracer Method) pour mesurer la concentration locale dans la phase liquide d'un écoulement à bulles. Le but est de résoudre les deux problèmes dus à la réfraction et à la réflexion de la lumière par une bulle interceptée par un plan laser : dispersion de la lumière et ombres créées par les bulles.



*Fig 10 : Réflexion et réfraction
créées par une bulle déformée*

(Moghaddas et al., 2002 [16])

Avec cette méthode on utilise deux fluorophores excités par le même laser, et qui ont des bandes spectrales d'excitation semblables mais qui fluorescent dans deux bandes spectrales différentes pour pouvoir les analyser séparément. Après avoir fait la calibration pour chaque traceur, on utilise le signal émis par un d'entre eux pour quantifier les effets lumineux créés par les bulles. Tenant en compte ces effets, on peut mesurer la réelle concentration du deuxième traceur dans le plan.

On peut faire ce calcul car on considère que les variations de concentration dans le plan de mesure sont dues aux effets lumineux créés par les bulles et ils sont les mêmes pour les deux traceurs puisque mesurés simultanément et excités par un seul laser.

Les résultats montrent que ce modèle réduit l'erreur dans la mesure de la concentration locale, dont l'erreur maximal est ramenée à 7% au lieu de 100%.

De cette expérience on peut conclure que, même si elle est seulement capable de mesurer des plans avec une concentration homogène ou avec une distribution de concentration connue à l'avance (du fait qu'elle considère toute variation du signal comme un effet lumineux), la mesure dans ce type d'écoulement en utilisant la méthode PLIF n'est pas fiable.

En 2007, Dani et al [19] ont proposé un exemple de mesure par PLIF de la concentration d'oxygène dans la phase liquide pour une bulle montant dans un milieu eau-éthanol. Dans cette expérience on observe aussi plusieurs problèmes qui sont toujours présents dans la mesure de concentration par LIF en présence d'interfaces gaz-liquide, car elles réfléchissent et réfractent la lumière.

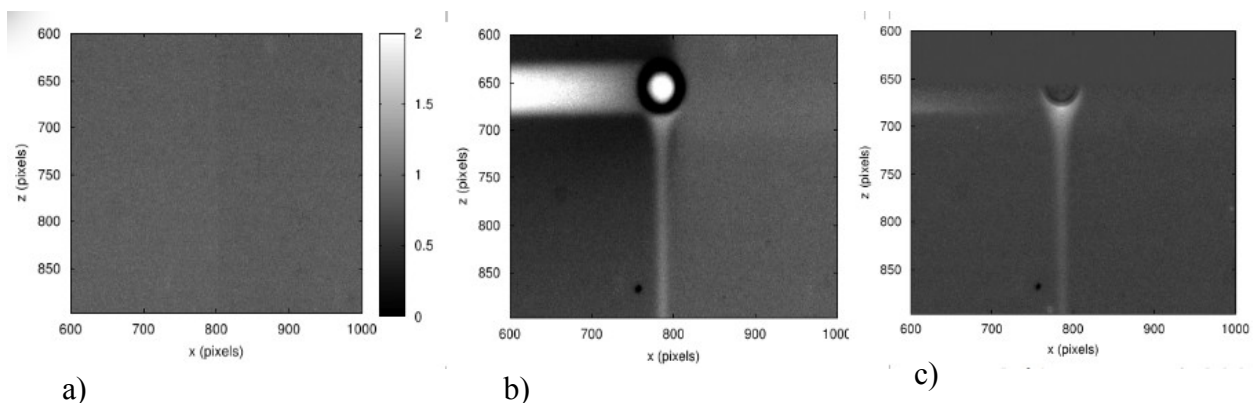


Fig 11 : Passage d'une bulle (Dani et Al.,2007 [19])

Avant que la bulle arrive dans le plan de mesure, la concentration dans le milieu liquide est aperçue comme homogène (figure 11a). Une fois que la bulle est placée au plan (figure 11b) on peut voir que la fluorescence induite par lumière du laser (qui arrive de droite à gauche) reste identique qu'à l'image précédente avant que la lumière passe par la position de la bulle. A gauche, le niveau de gris augmente, ce qui correspond à une concentration d'oxygène plus basse. L'explication est que la lumière reflétée dans la surface de la bulle s'ajoute à la lumière du laser.

De la même manière, on peut voir un anneau noir à l'interface, où la lumière se réfracte. La zone gauche du plan située à la même hauteur que la bulle reçoit moins de lumière du laser et on mesure des concentrations plus élevées. D'autre côté, dans le sillage de la bulle on voit le vrai transfert d'oxygène au milieu liquide.

Les auteurs proposent une méthode de traitement d'image en considérant la symétrie du problème (figure 11c) pour pouvoir éliminer ces effets et mesurer la vraie concentration dans chaque point du plan, considérant seulement comme un vrai transfert de concentration celui du sillage de la bulle.

Cette méthode peut nous emmener vers des solutions qualitatives pour des écoulements avec un nombre très faible de bulles. Les effets de la lumière pour une grande quantité d'interfaces présentes empêcheront l'application de cette technique, qui n'est jamais qu'une approximation du vrai champ de concentrations et non pas une mesure quantitative précise.

3. INSTALLATIONS EXPÉRIMENTALES

3.1. GÉNÉRATEUR DE BULLES

Les bulles d'air sont produites par un capillaire de 0,3 mm de diamètre intérieur alimenté en air comprimé. Le débit d'air peut être ajusté à l'aide d'une vanne et d'un détendeur, ce qui permet de régler la quantité de bulles relâchées et la fréquence de création des bulles quand on les crée isolément.

Ce système est installé dans un réservoir construit en plexiglas qui contient la solution dont on veut mesurer la concentration. Ce réservoir est un parallélépipède de 50 cm de longueur, 25 cm de profondeur et 59 cm de hauteur.

3.2. CHOIX DU FLUOROPHORE

Ils existent plusieurs caractéristiques remarquables pour choisir le traceur à utiliser dans un système LIF :

- Sensibilité en température
- Variations de composition du solvant
- L'effet du pH
- Solubilité du traceur
- Effets absorption/réabsorption

Pour cette expérience, le traceur à utiliser est la fluorescéine, choisie par son adéquation avec les systèmes optiques disponibles (fréquence d'excitation du laser, filtres optiques disponibles), son bas coût et sa disponibilité.

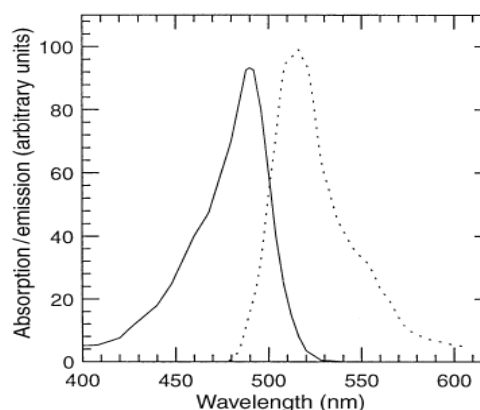


Fig 12 : Spectres d'absorption(-) et d'émission(...) de la fluorescéine

La fluorescéine est un traceur très utilisé à cause de son rendement quantique élevé et de ses spectres d'émission et d'absorption (figure 12) adaptés à la LIF : elle est capable de réémettre une lumière fluorescée verte (maximum à 485 nm) lorsqu'elle est excitée par une lumière bleue (maximum à 525 nm).

3.3. DISPOSITIF OPTIQUE

Le système LIF installé pour la mesure des concentrations est schématisé sur la figure 13. La lumière laser arrive jusqu'au volume de mesure grâce à une fibre optique et induit la fluorescence du fluorophore présent. C'est la même fibre qui recueille la lumière fluorescée qui est séparée ultérieurement de la lumière incidente grâce à un filtre optique.

Un voltage équivalent au nombre de photons présents après le filtrage est produit à la sortie du photomultiplicateur (PM), qui est alimenté en haute tension par le BSA. Ce voltage reste très faible pour être analysé et doit être amplifié et filtré pour réduire le bruit présent dans les signaux acquis par un ordinateur grâce à une carte d'acquisition sur un ordinateur.

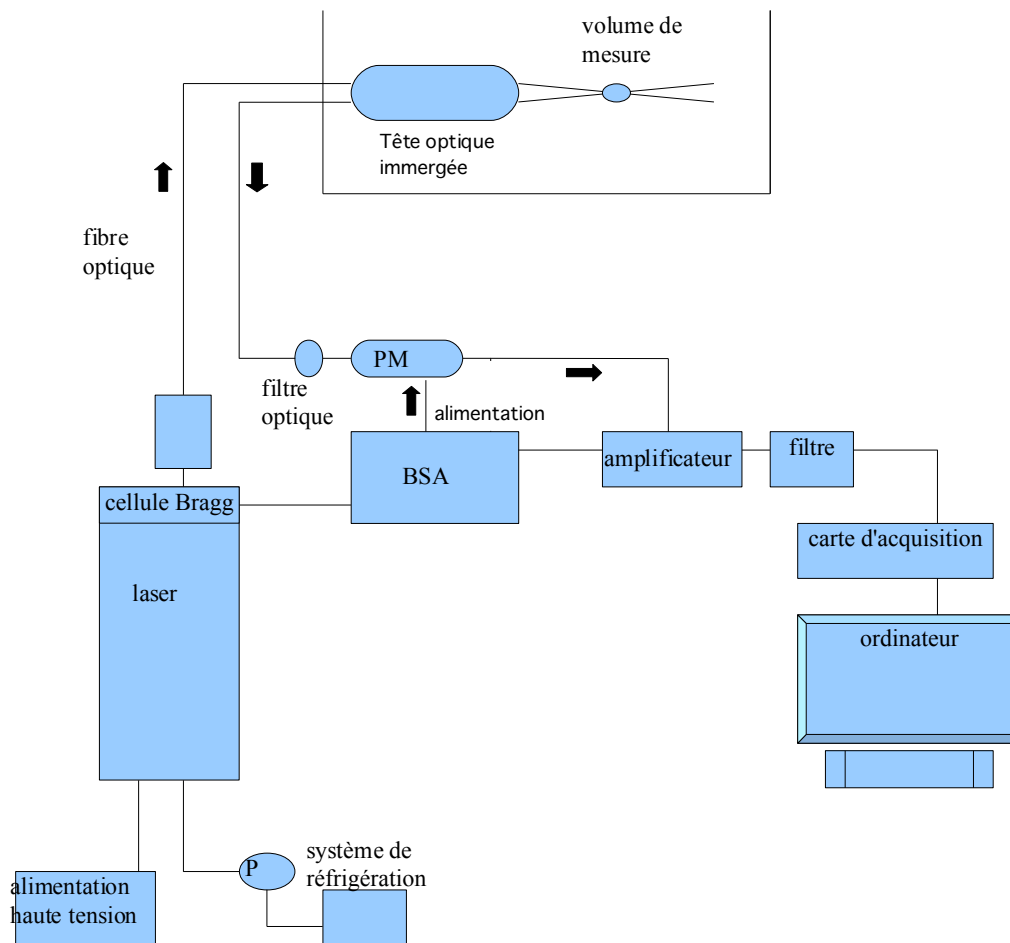


Fig 13 : Schéma du montage I

3.4. DESCRIPTION DU MATÉRIEL

LASER ARGON-ION

Il s'agit d'un laser continu argon-ion qui opère à 400 mW avec une longueur d'onde de 488 nm. Il est alimenté en haute tension (320 V) et réfrigéré par un réservoir d'eau et une pompe, avec un débit de 10 l/min.

On remarque (figure 14) que le maximum du spectre d'absorption de la fluorescéine coïncide avec la longueur d'onde d'opération du laser, optimisant ainsi la performance.

SONDE OPTIQUE

Le volume de mesure est créé par une sonde LDA (Laser Doppler Anemometry) de Dantec Dynamics. C'est une sonde de Fiber Flow Series, 60x17 2D 14 mm 448,0/515,5 nm Probe.

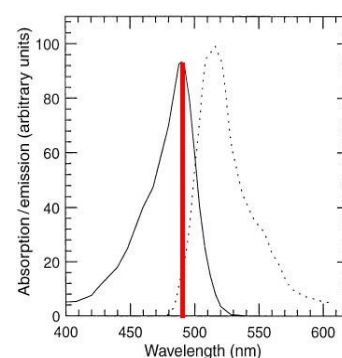


Fig 14 : Spectres d'absorption(-) et d'émission(...) de la fluorescéine. Excitation avec le laser Ar-Ion (-)

Il s'agit d'une fibre optique qui fonctionne en rétrodiffusion (« backscatter mode »). Cette technique utilise l'interaction de deux faisceaux cohérents qui ont une distribution gaussienne d'énergie pour créer le volume de mesure et collecter la fluorescence réémise par la même fibre, ce qui permet de réduire les problèmes d'alignement.

Les dimensions du volume de mesure ainsi créé (pour $\lambda = 488 \text{ nm}$) sont $115 \mu\text{m}$ de largeur et $1,44 \text{ mm}$ de longueur. La fibre optique sera introduite dans l'eau pour réduire la distance entre ce volume et l'optique de réception, diminuant ainsi le nombre de bulles susceptibles de croiser les faisceaux entre eux.

Un système de positionnement est installé afin de pouvoir ajuster précisément la position du volume de mesure par rapport au passage des bulles.

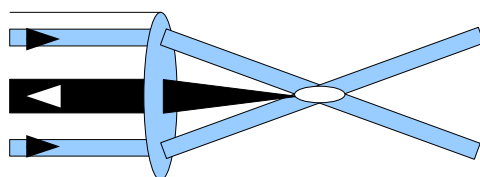


Fig 15 : Fibre en "backscatter mode"

FILTRE OPTIQUE

Afin de ne collecter que réémise par le fluorophore, on installe un filtre optique passe bande centré sur 532 nm à l'entrée du photomultiplicateur (figure 16).

BSA ET PM

Le photomultiplicateur (PM) est un dispositif qui doit produire un signal électronique proportionnel au nombre de photons collectés. Sous l'action de la lumière, des électrons sont arrachés d'une photocathode métallique par effet photoélectrique; le faible courant électrique ainsi généré est amplifié par une série de dynodes.

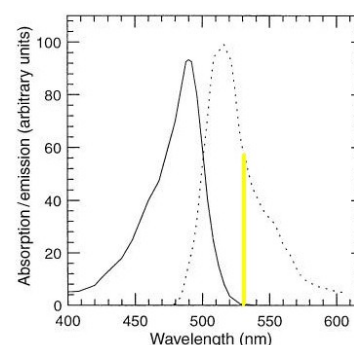


Fig 16 : Spectres d'absorption(-) et d'émission(...) de la fluorescéine. Filtre optique (-)

Le BSA (Burst Spectrum Analyzer) est seulement utilisé pour alimenter en haute tension le photomultiplicateur et fixer le gain du système de pré-amplification du PM (une étape d'amplification postérieure sera néanmoins nécessaire pour pouvoir utiliser le signal). Les caractéristiques de ces deux dispositifs ne sont pas communiqués par le constructeur.

CARTE D'ACQUISITION

Une carte de 12 bits est utilisée pour l'acquisition des données, qui peut être effectuée à une fréquence de 10 KHz . La plage de valeurs maximale est de $[-10\text{V}, +10\text{V}]$, mais on peut la réduire pour obtenir une meilleure dynamique du signal mesuré.

AMPLIFICATEUR ET FILTRE

L'amplification et le filtrage du signal à la sortie du PM est la seule partie de l'installation expérimentale qui a été spécifiquement conçue pour ce stage. Plusieurs options ont été testées comme amplificateurs : opérationnel, différentiel, de transimpédance... Un filtre passe bas à 1 KHz a été installé pour éviter le bruit présent à des hautes fréquences contamine les basses fréquences, qui correspondent aux phénomènes de mécanique des fluides que l'on souhaite mesurer.

4. ANALYSE DES SIGNAUX

4.1. LE BRUIT DANS LES MESURES

Le bruit présent dans les mesures faites avec le système présenté est un des principaux problèmes rencontré pendant le déroulement du stage et une des raisons les plus évidentes pour déconseiller l'utilisation de ce système LIF pour la recherche scientifique dans le futur.

Les changements de concentration dans les écoulements à bulles ont lieu à des basses fréquences. Par exemple, une bulle de diamètre $d = 3$ mm supposée sphérique qui traverse le volume de mesure à sa vitesse d'ascension terminale produirait des changements de concentration à une fréquence d'environ 55 Hz. Le problème trouvée est que le bruit mesuré apparaît à des fréquences similaires empêchant la mesure des changements de concentration.

Trouver l'origine du bruit est le premier objectif à atteindre pour le réduire. La première remarque qui a été faite fut que la présence du bruit était indépendante du fait que le laser soit connecté ou non au reste de la chaîne optique.

Pour identifier l'origine du bruit, on a remplacé les différents dispositifs par d'autres similaires ou équivalents. La fibre optique, le PM, son alimentation en haute tension, le BSA et la carte d'acquisition ont été remplacés par d'autres systèmes similaires ou plus récents, mais le bruit reste présente dans tous les cas testés.

Une autre source de bruit à considérer est celle due à l'amplification et au filtrage. Une analyse des possibles amplificateurs à utiliser a été faite. Des signaux interprétables ont été trouvés pour deux types d'amplificateurs testés : l'amplificateur opérationnel et l'amplificateur différentiel.

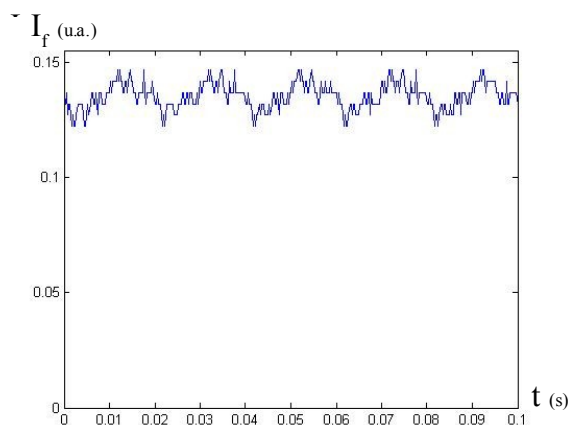


Fig 17 : Bruit. Amplificateur opérationnel

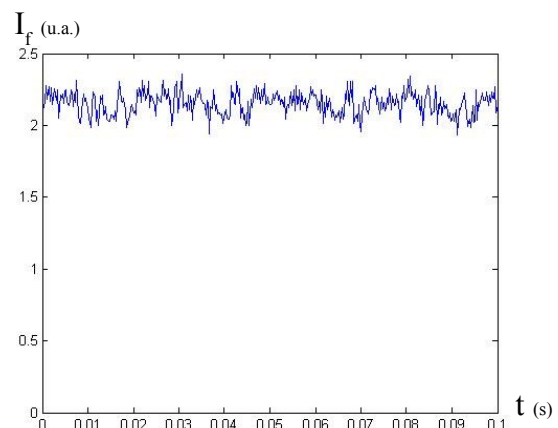


Fig 18 : Bruit. Amplificateur différentiel.

Sur les deux figures 17 et 18 on voit les signaux temporels acquises pour deux concentrations homogènes. La figure 17 présente un signal amplifié avec un gain de 1000 par un amplificateur opérationnel. La figure 18 montre le résultat obtenu avec un amplificateur différentiel pour un gain de 10000.

Les résultats recueillis montrent une très légère baisse du bruit avec l'augmentation du gain, toujours avec les mêmes fréquences, et une meilleure sensibilité aux variations de concentration avec l'amplificateur différentiel, raisons pour lesquelles cette amplification a été choisie pour la suite.

Pour réduire ce bruit, on filtrera les signaux avec un filtre Butterworth de passe bas (fait sur Matlab) de quatrième ordre coupant toute fréquence supérieure à 55 Hz. De cette manière, même si c'est une méthode avec laquelle on perd l'information correspondante aux fréquences filtrées, on arrive à avoir des signaux mesurables avec un bruit d'environ 15 % de la valeur du signal (figure 19).

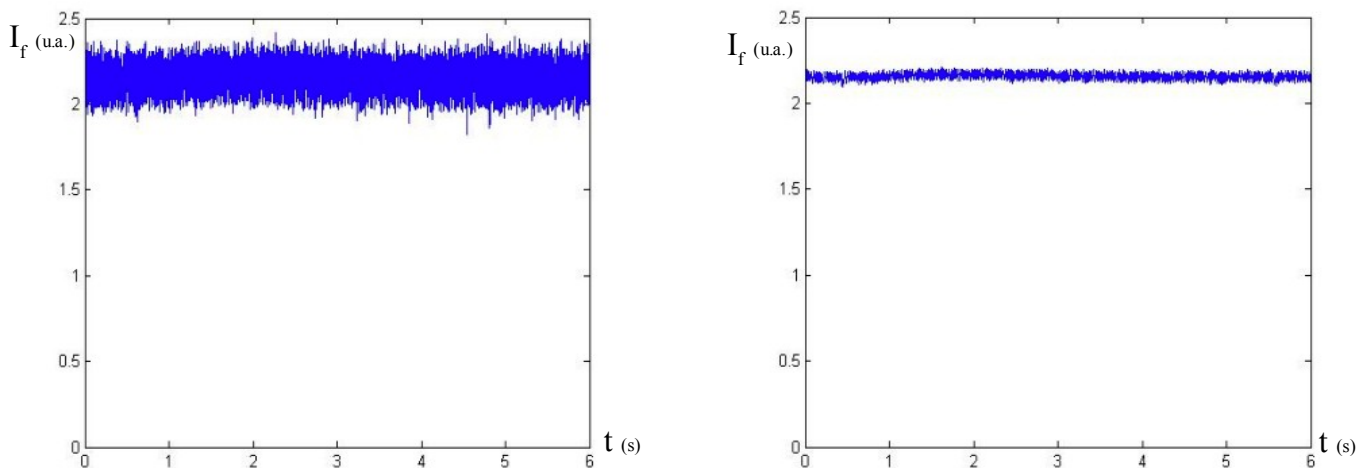


Fig 19 : Effet du filtrage (55 Hz)

Ce bruit a été la partie plus problématique du système de mesure. Si on veut utiliser la chaîne optique de mesure dans le futur pour la recherche, c'est un problème qui doit être résolu impérativement pour améliorer la fiabilité des mesures.

4.2. RÉPÉTABILITÉ DES MESURES

Dans cette partie du travail, on s'est intéressé à la répétabilité des mesures, c'est-à-dire, la capacité du système à reproduire le même signal pour une concentration et des conditions opérationnelles déterminées.

Les premières mesures qui ont été faites montraient un comportement aléatoire qui ne gardaient aucune relation avec la concentration de fluorescéine, l'intensité laser présente ou l'alimentation du PM.

Après l'analyse du problème, on peut remarquer que la principale cause de ce fait était l'existence d'un offset dans les signaux qui varie avec le temps, sûrement du à l'état de certains éléments de l'installation expérimentale. Pour éviter que les signaux dépendent de l'offset, sa valeur a toujours été quantifiée avant chaque mesure expérimentale, moyennée et soustraite *a posteriori*. Pour le faire, on prend la valeur du signal en coupant le faisceau laser.

De cette manière, les signaux acquis pour les mêmes conditions de mesure (même alimentation en haute tension du PM et même I_0) et la même concentration montrent une variabilité d'environ 10%. Cette quantité est essentiellement due aux variations temporelles de l'offset pendant la prise des données, mais aussi pour une moindre part à l'impossibilité d'obtenir un mélange totalement homogène, aux variations de la puissance laser (typiquement d'environ 1% du signal [10]) et aux autres effets négligés qui affectent la mesure de fluorescence (température, pH).

5. ÉTALONNAGE EN ÉCOULEMENT MONOPHASIQUE

Comme étape préliminaire à l'étude quantitative de la concentration du traceur dans un système diphasique, on doit réaliser l'étalonnage du système en condition monophasique.

Un premier étalonnage a été fait en utilisant des concentrations de fluorescéine qui varient dans une plage de valeurs comprise entre $1 \cdot 10^{-7}$ et $8 \cdot 10^{-7}$ mol/l. Dans cette première approche les signaux acquis montraient un comportement qui était loin d'être linéaire avec la concentration de fluorescéine.

La raison en était que la plage de valeurs choisie pour les concentrations était trop étendue. D'autres systèmes Laser Ar-Ion continu/ Fluorescéine ont déjà été étudiés pour la mesure de concentration, notamment : « A fluorescence technique for measurement of concentration in mixing liquids », de Walker [10].

Dans cet article on parle de l'extinction de l'intensité de fluorescence. Pour une concentration uniforme, les équations V et VI deviennent :

$$I_e(b) = I_o \exp(-\epsilon b C) \quad (IX)$$

$$I_f(b) = I_o V_c \phi \epsilon C(b) \exp(-\epsilon b C) \quad (X)$$

Dans ces conditions, pour pouvoir négliger l'extinction du faisceau incident ($I_e = I_o$) la concentration doit être petite. De cette façon, le signal acquis par le système devra varier linéairement avec la concentration.

$$\epsilon b C \ll 1 \quad (XI) \quad \rightarrow \quad I_f(b) = I_o V_c \phi \epsilon C(b) \quad (XII)$$

Pour les conditions de l'article de Walker, très similaires à celles de notre expérience, la concentration maximale avant que l'extinction devienne significative se trouve autour de $1 \cdot 10^{-7}$ mol/l.

Tenant compte de ces remarques, l'étalonnage a été fait pour une alimentation du laser de 25 A et une alimentation du PM de 1000 V dans une plage de valeurs de 0 à $1,55 \cdot 10^{-7}$ mol/l. Cette calibration a été faite en enregistrant 3 signaux, chacun moyenné sur 30 secondes, pour chaque concentration (figure 20).

Les variations observées dans les signaux correspondant à une même concentration sont dues principalement aux effets qui affectent la répétabilité des mesures [paragraphe 5.2].

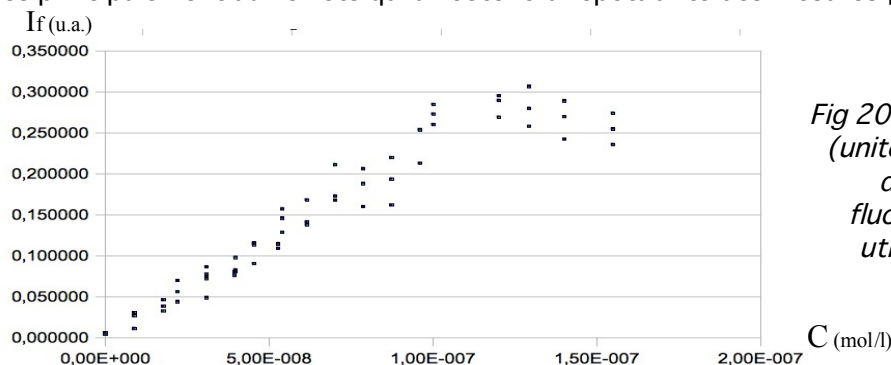


Fig 20 : Intensité de fluorescence (unités arbitraires) en fonction de la concentration de fluorescéine (mol/l). Points utilisés pour l'étalonnage.

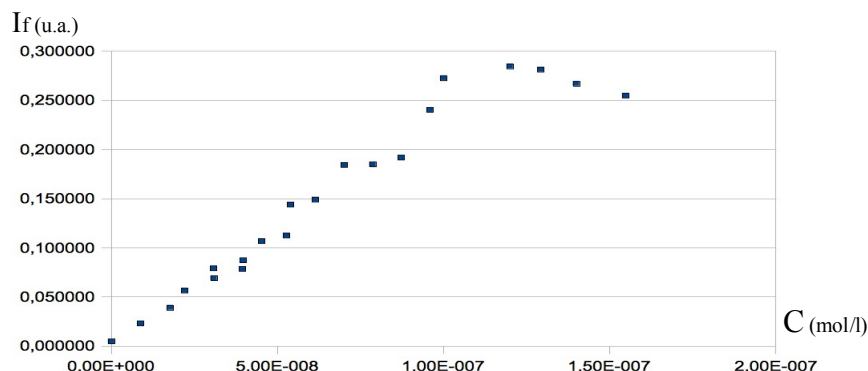


Fig 21 : Intensité de fluorescence (unités arbitraires) en fonction de la concentration de fluorescéine (mol/l). Signal moyenné pour chaque concentration

Prenant la moyenne des mesures pour chaque C (figure 21) on remarque un comportement linéaire jusqu'à une concentration autour de $1 \cdot 10^{-7}$ moles/l, ce qui est cohérent avec les conclusions de Walker.

En considérant cette concentration comme la concentration maximale à utiliser et en appliquant une régression linéaire (figure 22), on peut observer le comportement linéaire qu'on attendait avec un coefficient de corrélation de 0,98. Ce résultat montre une bonne réponse linéaire à la variation de concentration de fluorescéine dans le mélange qui pourrait être utilisée pour une mesure quantitative.

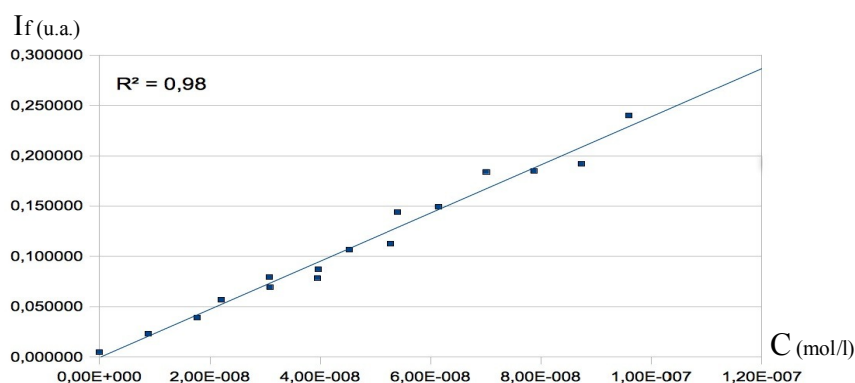


Fig 22 : Intensité de fluorescence (unités arbitraires) en fonction de la concentration de fluorescéine (mol/l). Régression linéaire.

6. ESSAIS EXPÉRIMENTAUX

Après l'étalonnage de la mesure des concentrations réalisé en situation homogène, quelques essais ont été faits en situation de mélange monophasique ou en présence de bulles.

Pour faire ces tests, une seringue a été installée (figure 23) dans un système permettant de mesurer le débit de mélange eau-fluorescéine injecté, qui rentre par un tube de 0.6 cm de diamètre adjoint au capillaire d'entrée d'air (Les résultats montrés sont filtrés à 55 Hz [paragraphe 5.1]).

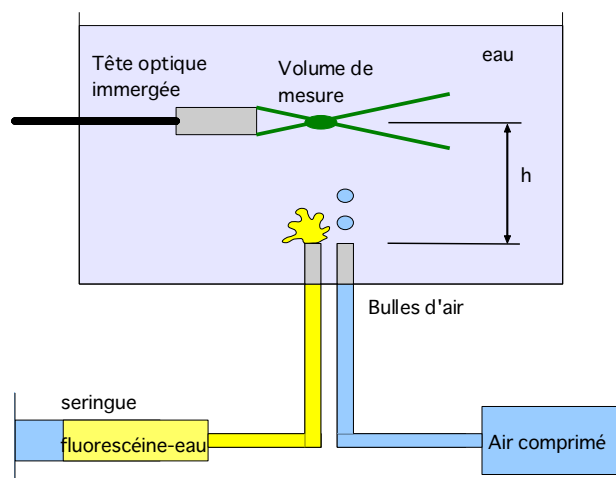


Fig 23 : Schéma du montage II

6.1. ANALYSE DE LA RÉOLUTION TEMPORELLE

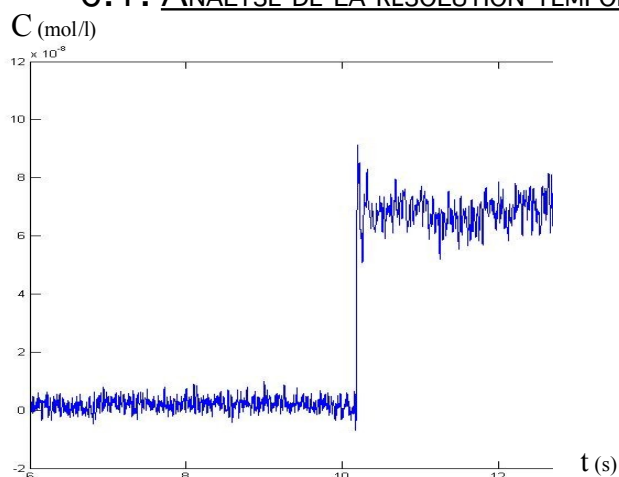


Fig 24 : Réponse du signal à une forte variation de concentration de fluorescéine I

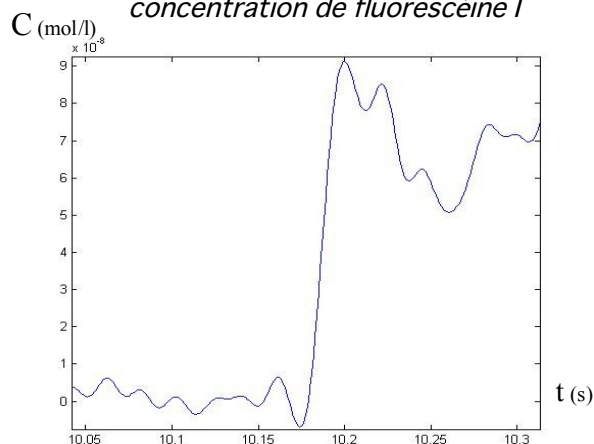


Fig 25 : Réponse du signal à une forte variation de concentration de fluorescéine II

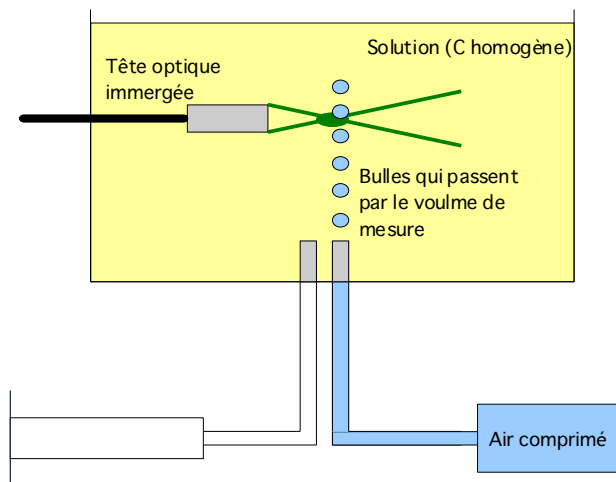
Un premier essai est fait pour analyser la réponse temporelle du système aux variations de fluorescéine en écoulement sans bulles. Pour le faire, un mélange avec une concentration de $8 \cdot 10^{-8}$ mol/l est introduit à une vitesse $v = 0.7$ m/s situant le volume de mesure à une distance $h = 0.5$ cm du point d'injection.

Les résultats obtenus (figure 24) montrent que la réponse temporelle du signal est bonne, ce qui constitue l'intérêt principal de la mesure par LIF.

Sur la figure 25 on peut voir que la réponse temporelle à ce fort changement de concentration est mesuré à la fréquence la plus haute possible avec le filtrage proposé.

6.2. MESURES EN ÉCOULEMENT À BULLES

RÉPONSE AU PASSAGE DE BULLES



L'observation de la présence de bulles présentes dans l'écoulement montre plusieurs phénomènes qui perturbent la mesure de la concentration de fluorescente dans la phase liquide (figure 26).

Lorsqu'une bulle d'air traverse l'intersection des faisceaux ou coupe un d'eux dans la zone située avant celui-ci, le volume de mesure disparaît pendant le temps de passage de la bulle. Cette perte temporelle d'information reste très visible pour les mesures prises avec l'amplificateur opérationnel (elle est pas visible avec le différentiel), où on observe une diminution de la valeur de la tension pendant le passage de la bulle (figures 27 à 29).

Fig 26 : Schéma du montage : réponse au passage de bulles I

D'autre part, ces bulles perturbent le signal à cause de la lumière réfléchi et réfractée par leur interface. On voit que la valeur moyenne du signal varie de manière significative à cause de l'augmentation de la fréquence de bulles (figures 27 et 28), ce que nous ne sommes pas parvenus à interpréter quantitativement.

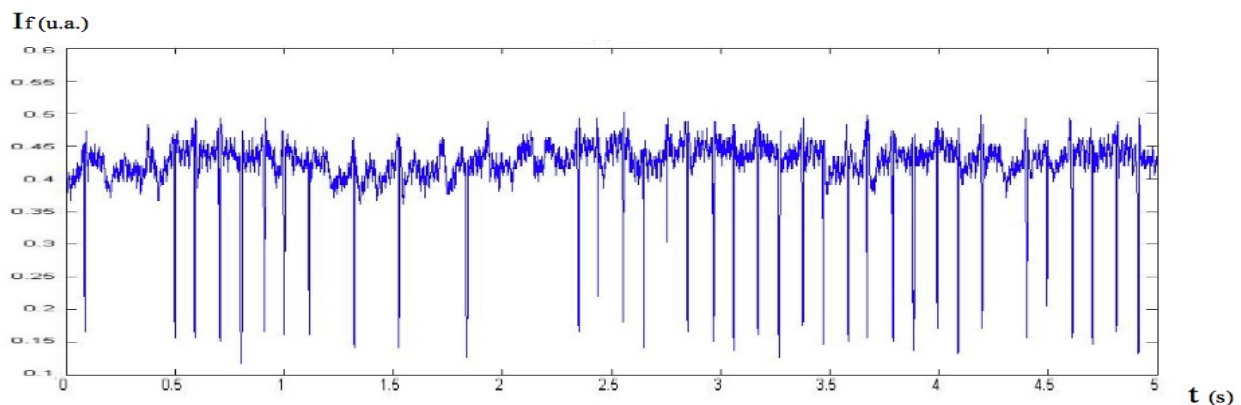


Fig 27 : Passage de bulles. Amplificateur opérationnel.

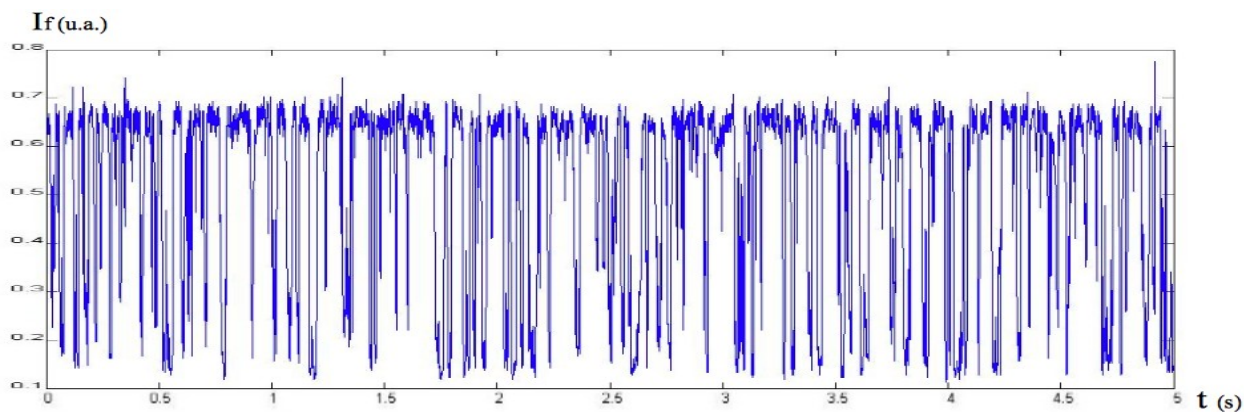


Fig 28 : Passage de bulles. Amplificateur opérationnel

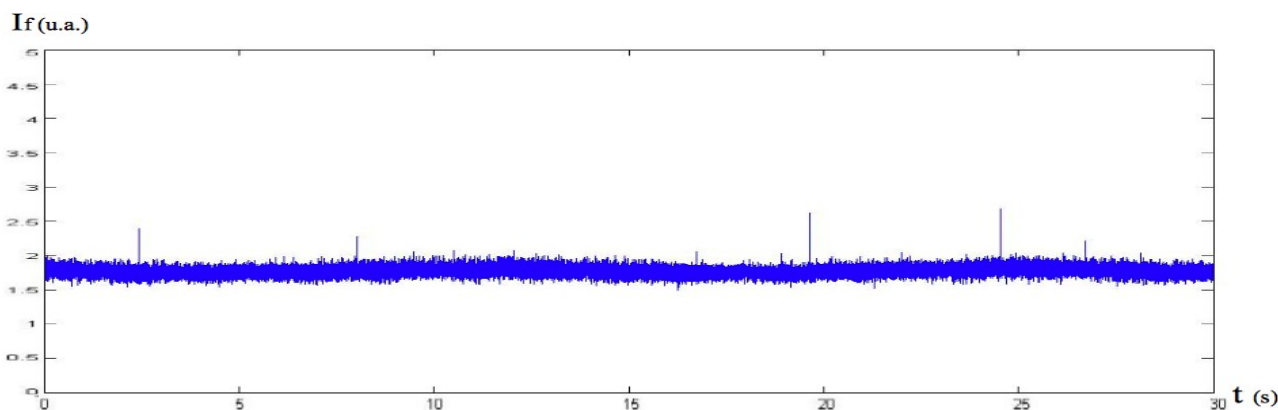


Fig 29 : Passage de bulles. Amplificateur différentiel.

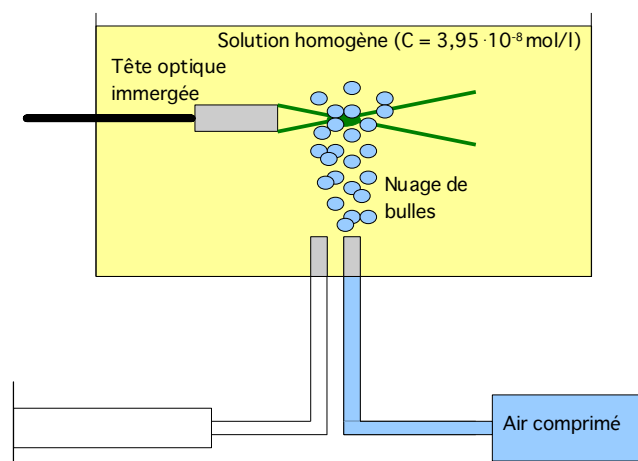


Fig 30 : Schéma du montage : réponse au passage de bulles II

Un autre type d'expérience a été mené. Des signaux de fluorescence ont été mesurés en présence d'un nuage de bulles dans la zone autour du volume de mesure (figure 30).

On observe que les signaux mesurés, présentent une erreur qui varie du 5% à 75% par rapport à la valeur mesurée en écoulement monophasique, du à la présence d'une grande quantité d'interfaces qui reflètent la lumière selon sa forme (figure 31).

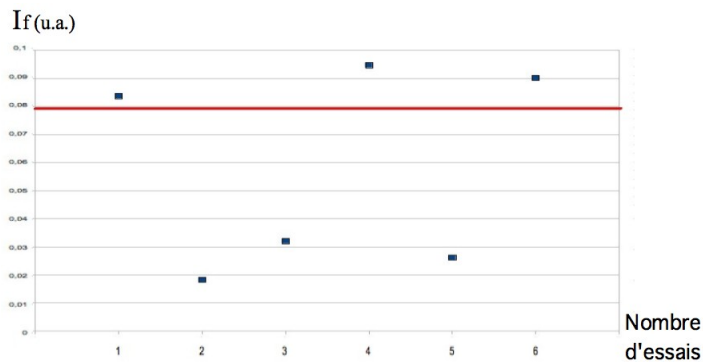


Fig 31 : Mesures de I_f avec une nuage de bulles (-). Valeur du signal en écoulement monophasique (-). Concentration utilisée : $3,95 \cdot 10^{-8} \text{ mol/l}$.

MESURE DE CONCENTRATION DU FLUOROPHORE ENTRAÎNÉ PAR LES BULLES

Une mesure de concentration a été faite avec le système installé en créant une concentration de fluorescéine homogène dans la zone proche de l'injecteur de bulles et en faisant monter ce mélange poussé par les bulles injectées (figure 32).

Une solution de fluorophore à $1,5 \cdot 10^{-7} \text{ mol/l}$ est injectée dans un milieu de concentration nulle. La fréquence de passage des bulles a été fixée à 1 bulle par seconde, grâce à la pression du détendeur et la maîtrise du débit d'air. Le volume de mesure est situé à une distance $h = 7 \text{ cm}$ du point d'injection de fluorescéine et des bulles d'air. Le signal est amplifié avec l'amplificateur différentiel.

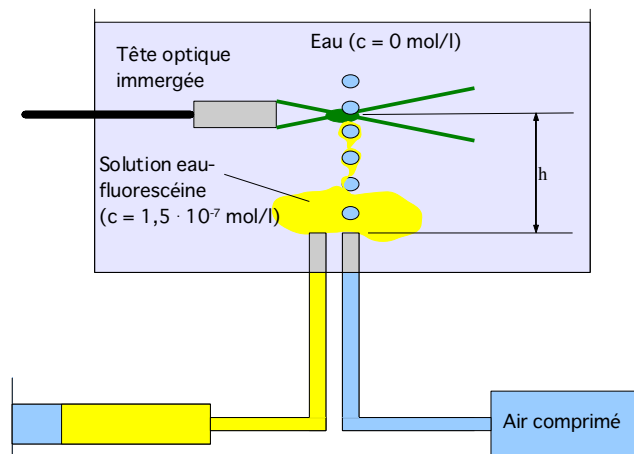


Fig 32 : Schéma du montage : mesure de concentration de fluorophore entraîné par les bulles

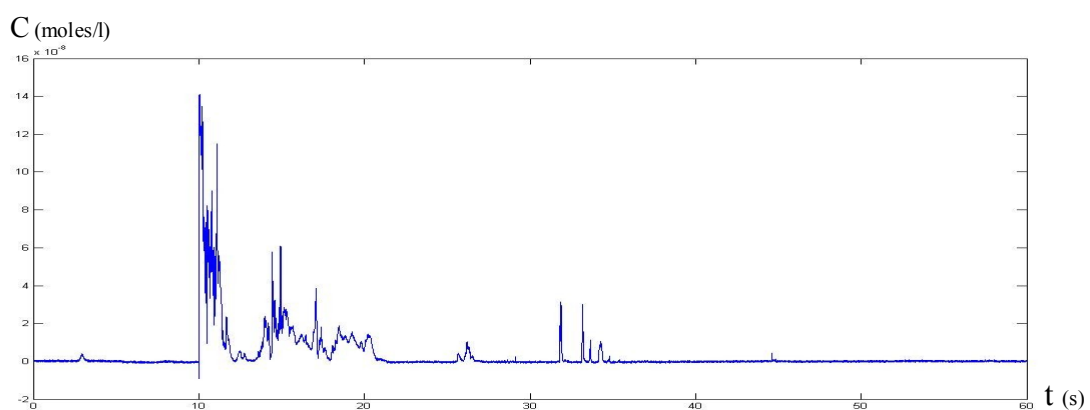


Fig 33 : Mesure temporelle de concentration du fluorophore entraîné par les bulles.

On observe une mesure temporelle de concentration en écoulement diphasique (figure 33). Même si les problèmes présents dans la chaîne de mesure ne permettent pas une fiabilité quantitative des résultats, on peut observer un résultat qualitatif d'un écoulement en présence de bulles.

7. COMMENTAIRES SUR LES RÉSULTATS

D'après l'analyse du système de mesure LIF disponible, on peut conclure qu'il n'est pas prêt pour être utilisé dans un projet de recherche sur le mélange en écoulement à bulles.

Le principal problème est le bruit présent dans les mesures et la présence d'un offset variable avec le temps, ce qui conduit à des résultats peu précis et qui contiennent une information partielle des changements de concentration dus à l'hydrodynamique.

On est seulement capables d'arriver à mesurer, en écoulement monophasique, des concentrations avec une répétabilité de 10 %.

Les signaux acquis en écoulement à bulles avec un taux de vide élevé ont montré que la présence des interfaces empêchent la mesure de concentration du fluorophore dans la phase liquide.

D'autre part, la recherche bibliographique faite pendant le déroulement de ce stage nous amène à conclure que les systèmes LIF et PLIF peuvent être utilisés pour la mesure de la concentration locale, mais aucune variante de ces méthodes est pleinement satisfaisante en écoulement à bulles.

En revanche, on est arrivé à voir quelques résultats positifs pendant l'étude de ce système. Un bon comportement linéaire du signal de fluorescence a été trouvé en réponse aux variations de concentration.

En plus, une bonne réponse temporelle du signal a été obtenue dans nos essais, ce qui constitue une des caractéristiques les plus avantageuses de la méthode LIF.

On peut conclure que, même si ce système serait intéressant pour la mesure dans les écoulements à bulles, grâce à sa bonne résolution temporelle, l'utilisation d'autres techniques de mesure de concentration sont recommandées pour les projets de recherche futurs.

8. CONCLUSIONS

Le stage que j'ai effectué à l'IMFT représente pour moi un premier contact avec le monde de la recherche. Pendant cinq mois, j'ai été intégré au sein du laboratoire, j'ai pu ainsi participer à sa vie, en voir le fonctionnement et l'organisation. Tout cela m'a permis d'évaluer ma formation ainsi que mes connaissances, pour enfin arriver à tirer des conclusions sur moi-même, mes méthodes de travail et mon comportement. Cela a servi à compléter ma formation et à avoir une vision plus pratique de l'enseignement théorique acquis pendant mes études.

Grâce à ce stage j'ai eu la possibilité d'avoir une vision de la diversité du monde de la recherche et des difficultés présentes dans les projets expérimentaux. La plus remarquable, selon mon expérience, est la complexité de préparer les installations expérimentales, ce qui exige la coopération d'un grand nombre d'experts et un vrai travail de coordination. D'un autre côté, mon introduction dans le monde de la mesure a été très intéressante pour comprendre les difficultés présentes pour avoir de données reproductibles et précises.

Ces cinq mois à l'institut de mécanique de fluides m'ont permis d'approfondir mes connaissances en hydraulique acquis pendant ma dernière année d'études à l'ENSEEIH, notamment en systèmes de mesure. Par conséquent, j'ai eu l'occasion d'avoir une vision plus complète de ce domaine pendant toute ma formation en France pour compléter ma formation en mécanique acquise ces dernières années.

- [16] Moghaddas, Trägård, Östergren, Revstedt; *A comparison of the mixing characteristics in single- and two-phase grid-generated turbulent flow systems*; 2004
- [17] Bröder, Sommerfeld; *An advanced LIF-PLV system for analysing the hydrodynamics in a laboratory bubble column at higher void fractions*; 2002
- [18] Roy, Duke; *Laser induced fluorescence measurements of dissolved oxygen concentration fields near air bubble surfaces*; 2000
- [19] Dani, Guiraud, Cockx; *Local measurement of oxygen transfer around a single bubble by planar laser-induced fluorescence*; 2007
- [20] *Installation and reference manual 60 x FiberFlow series*, DANTEC.